

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/017404

International filing date: 24 November 2004 (24.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-394820
Filing date: 25 November 2003 (25.11.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 04 February 2005 (04.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

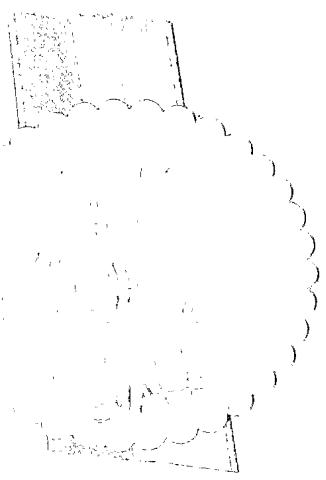
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日 2003年11月25日
Date of Application:

出願番号 特願2003-394820
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2003-394820]

出願人 京セラ株式会社
Applicant(s):

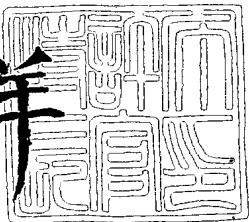


2004年12月 1日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川

洋



【書類名】 特許願
【整理番号】 0000324411
【提出日】 平成15年11月25日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 H05B 3/00
【発明者】
【住所又は居所】 鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場
内
【氏名】 長迫 竜一
【発明者】
【住所又は居所】 鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場
内
【氏名】 濱田 修
【特許出願人】
【識別番号】 000006633
【住所又は居所】 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
京セラ株式会社
【代表者】 西口 泰夫
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 005337
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲**【請求項1】**

セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面にメッキ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータにおいて、上記メッキ層の表面におけるホウ素（B）の量を1重量%以下としたことを特徴とするセラミックヒータ。

【請求項2】

上記メッキ層の表面における炭素（C）の量を10重量%以下としたことを特徴とする請求項2記載のセラミックヒータ。

【請求項3】

上記メッキ層は、無電解メッキによって形成されたことを特徴とする請求項1または2に記載のセラミックヒータ。

【請求項4】

セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面にメッキ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータの製造方法であって、発熱抵抗体を内蔵したセラミック体の電極パッドの表面にメッキ層を形成した後、熱処理を施し、還元雰囲気中で焼付処理をすることによってロウ材を介してリード部材を接合することを特徴とするセラミックヒータの製造方法。

【請求項5】

上記熱処理は、温度を800～1200℃、水蒸気分圧を900Pa以上とすることを特徴とする請求項4に記載のセラミックヒータの製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】セラミックヒータおよびその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、自動車用の空燃比検知センサ加熱用ヒータや気化器用ヒータ、半田ごて用ヒータなどに使用するセラミックヒータ及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、空燃比センサ加熱用ヒータ等の自動車用のヒータとして図3 (a) に示すようなセラミックヒータ21が多用されており、例えば、特許文献1や特許文献2に示されているように、アルミナを主成分とするセラミック体22中に、W、Re、Mo等の高融点金属からなる発熱抵抗体23を内蔵し、電極パッド24を介してリード部材27が接合されている。

【0003】

上記円柱状のセラミックヒータ21を製造する場合は、図3 (b) に示すようにセラミック芯材20とセラミックシート28の一方面にW、Re、Mo等の高融点金属のペーストを印刷して発熱抵抗体23と電極引出部23aを形成した後、これらを形成した面が内側となるようにセラミックシート28を上記セラミック芯材20の周囲に巻付け、全体を焼成一体化することによりセラミックヒータ21としていた。

【0004】

セラミックシート28上には、発熱抵抗体23に電極引出部23aが接続され、該電極引出部23aの末端にスルーホール(不図示、以下同じ)が形成され裏面の電極パッド24と該電極引出部23aが接続されている。スルーホールには、必要に応じて導体ペーストが注入される。

【0005】

そして、図3 (c) に示す電極パッド24部周辺の部分断面図のように、セラミックヒータ21は側面に露出した電極パッド24の表面にはNi等からなるメッキ層25が形成され、電極パッド24にリード部材27ロウ材26の流れ性を良くする。そして、メッキ層25上にロウ材26を塗布しNi等からなるリード部材27を還元雰囲気中で焼付処理(ロウ付け)を施して接合する。このリード部材27から通電することにより発熱抵抗体23が発熱する仕組みである。

【特許文献1】特開平11-354255号公報

【特許文献2】特開平11-257659号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

従来のセラミックヒータでは、ロウ材26によってリード部材27を接合するために還元雰囲気中で焼付処理を施す際、ロウ材6を溶融させるために焼付処理の温度を600℃以上とする必要がある。しかし、600℃以上となると、電極パッド24の表面に形成するメッキ層25に含有するホウ素(B)が還元雰囲気ガスに含有される窒素(N)と反応して、図3 (c) に示すようにメッキ層25の表面に窒化ホウ素(BN)34を生成する。この窒化ホウ素34の生成量が多くなると、メッキ層25上に形成するロウ材26の流れを阻害し、ロウ材26の良好なメニスカスの形成が阻害される。そのため、ロウ材26による接合面積が小さくなり、セラミック体22とロウ材26との熱膨張差により発生する応力を小さな接合面積で支えることになるため、使用中の熱サイクルによりリード部材27の引張強度が低下するという問題があった。

【0007】

同様に、メッキ層25中に含有されている有機成分である炭素(C)32がメッキ層25の表面に形成され、この炭素32がロウ材26の流れを阻害し、ロウ材26の流れ不良

を引き起こしてしまう。

【0008】

特に、自動車用に使用するセラミックヒータ21については、リード部材27の接続強度の高いものが要求されており、上述の問題は重要なものであった。

【0009】

本発明は上述の問題点に鑑みて案出されたものであり、本発明の目的は、セラミックヒータ21の電極パッド24から酸化するのを抑制するとともに、リード部材27の接合強度を向上させることで耐久性が良好なセラミックヒータ21を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明のセラミックヒータは、セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面に無電解法によりメッキ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータにおいて、上記電極パッドのメッキ層表面のホウ素（B）の量を1重量%以下としたことを特徴とする。

【0011】

また、本発明のセラミックヒータは、メッキ層の表面における炭素（C）の量を10重量%以下とすることを特徴とする。

【0012】

また、本発明のセラミックヒータの製造方法は、無電解メッキによって形成されたことを特徴とする。

【0013】

また、本発明のセラミックヒータの製造方法は、セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面にメッキ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータの表面にメキシ層を形成した後、熱処理を施し還元雰囲気中で焼付処理をする電極パッドの表面にメキシ層を形成した後、熱処理を施し還元雰囲気中で焼付処理することによってロウ材を介してリード部材を接合することを特徴とするセラミックヒータの製造方法。

【0014】

また、本発明のセラミックヒータの製造方法は、上記熱処理について、温度を800～1200℃、水蒸気分圧を900Pa以上とすることを特徴とする。

【発明の効果】

【0015】

本発明のセラミックヒータは、セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面に無電解法によりメキシ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータにおいて、上記電極パッドのメキシ層表面のホウ素（B）の量を1重量%以下とすることにおいて、上記電極パッドのメキシ層表面のロウ材の流れを阻害する窒化ホウ素（BN）の生成を抑制するにより、メキシ層の表面にロウ材の流れを阻害する窒化ホウ素（BN）の生成を抑制することができるため、ロウ材との接合面積を減少させることなく、リード部材の接合強度を高めに保持し、耐久性の高いセラミックヒータを得ることができる。

【0016】

また、本発明のセラミックヒータは、メキシ層の表面における炭素（C）の量を10重量%以下とすることにより、上記同様にロウ材の流れ性を改善し、リード部材の接合強度を高めに保持し、耐久性の高いセラミックヒータを得ることができる。

【0017】

さらに、本発明のセラミックヒータの製造方法は、セラミック体中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッドを上記セラミック体の表面に備え、上記電極パッドの表面にメキシ層を形成し、ロウ材を介してリード部材を取着してなるセラミックヒータの製造方法であって、発熱抵抗体を内蔵したセラミック体の電極パッドの表面にメキシ

層を形成した後、熱処理を施し、還元雰囲気中で焼付処理をすることによってロウ材を介してリード部材を接合することにより、メッキ層表面のホウ素（B）や炭素（C）の生成を防止し、接合部の耐久性を向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明のセラミックヒータの実施形態を図面に基づいて説明する。

【0019】

図1は、本発明のセラミックヒータ1の一実施形態を示すものであり、図1（a）はセラミックヒータ1の部分切り欠き斜視図であり、（b）は、そのセラミック体2部分の展開図である。

【0020】

本発明のセラミックヒータ1は、図1（a）に示すようにセラミック体2中に発熱抵抗体3を内蔵し、発熱抵抗体3の端部と通電する電極パッド4をセラミック体2の表面に備え、電極パッド4にメッキ層5を形成するとともに、ロウ材6を介してリード部材7が接合されている。

【0021】

このようなセラミックヒータ1は、同図（b）に示すようにセラミックシート8の表面に、発熱抵抗体3と電極引出部3aが形成され、さらに、その裏面側に形成される電極パッド4との間をスルーホールで接合した構造となっている。こうして準備されたセラミックシート8をセラミック芯材10に発熱抵抗体3が内側になるように密着焼成することによって発熱抵抗体3を内蔵したセラミック体2を得ることができる。

【0022】

上記セラミックヒータ1は、例えば外径が2～20mm、長さが40～200mm程度の円柱状で、自動車の空燃比センサ加熱用に用いる場合には、外径が2～4mm、長さが40～65mmとすることが好ましい。

【0023】

上記セラミック体2を構成するセラミックシート8は、アルミナ質セラミックス、窒化珪素質セラミックス、窒化アルミニウム質セラミックス、炭化珪素質セラミックス等の各種セラミックスからなり、特に、アルミナセラミックスからなることが好ましく、例えばA₁₂O₃を88～95重量%、SiO₂を2～7重量%、CaOを0.5～3重量%、MgOを0.5～3重量%、ZrO₂を1～3重量%からなるアルミナセラミックスを用いることが好ましい。A₁₂O₃含有量は88重量%未満となると、ガラス質が多くなるため通電時のマイグレーションが大きくなる恐れがある。一方、A₁₂O₃の含有量が95重量%を超えると、セラミック体2中に内蔵された発熱抵抗体3の金属層内に拡散するガラス量が減少し、セラミックヒータ1の耐久性が劣化する恐れがある。

【0024】

上記セラミック体2には発熱抵抗体3が内蔵されており、W、Mo、Re等の高融点金属を主成分とするものであり、図1（c）に示すように発熱抵抗体3のパターンに欠陥bが生じた場合、その欠陥部分の幅tがパターン幅Tの1/2以下とすることが好ましい。これは、上記欠陥の幅tがパターン幅Tの1/2を越えると、この部分で局部発熱し、発熱抵抗体3の抵抗値が大きくなり耐久性が劣化するためである。

【0025】

このような欠陥が発生する原因は、発熱抵抗体3をプリント形成する時に、プリント製版にゴミが付着したためパターンが欠けてしまったり、異物が混入し焼成時に焼失したりすることにより発生するものと思われる。プリントや密着工程で、生のセラミックシートを取り扱う工程があるが、この工程の清浄度を向上させるとともに、万一の欠陥の発生に関して、上記寸法以上の欠陥を取り除くための検査工程の整備が重要である。

【0026】

また、自動車用のヒータとして用いる場合には、上記発熱抵抗体3の発熱長さが3～15mmとなるようにすることが好ましい。この発熱長さが3mmより短くなると、通電時

の昇温を早くすることができるが、セラミックヒータ1の耐久性を低下させる。一方、15mmより長くすると昇温速度が遅くなり、昇温速度を早くしようとするとセラミックヒータ1の消費電力が大きくなる。

【0027】

なお、上記発熱長さとは、図1 (b) で示す発熱抵抗体3における往復パターンの部分の長さfを示す。この発熱長さfは、用途により種々選択されるものである。

【0028】

さらに、上記発熱抵抗体3の両端部には電極引出部3aが形成されており、図2の部分拡大図のように、発熱抵抗体3の端部に形成された電極引出部3aにはスルーホール9を介して発熱抵抗体3に通電するための電極パッド4が接続されている。

【0029】

上記電極パッド4は、W、Mo、Re等の高融点金属を主成分とするメタライズ層からなる。

【0030】

また、図2 (a) に示す部分拡大図のように、電極パッド4の表面にはNi、Cr、Cu、Pt、Au、Co、Sn、Pd等のうち1種以上からなるメッキ層5を1~5μmの厚みで形成するとともに、メッキ層5上にロウ材6を介してリード部材7がロウ材6によって接合されている。

【0031】

メッキ層5は、無電解メッキによって形成することが好ましく、電解メッキではメッキ層5の厚みが不均一になりやすいが、無電解メッキではメッキ層5の厚みを均一に形成することが可能である。なお、電界メッキは、被メッキ物に電界を掛けてメッキ層5を形成するが、電界を掛けた際の電流密度の分布により厚みが大きくばらつく。これに対して、上記無電界メッキは表面に均一にメッキ層5を形成することができる利点がある。この厚みばらつきを判定することにより、メッキ層5が無電界メッキであるか否かを確認することができる。

【0032】

さらに、無電解メッキでは、リン(P)系、ホウ素(B)系のメッキが多用されているが、リン系のものはホウ素系に比べて耐熱性が劣るため、セラミックヒータ1のメッキ層5としてはホウ素系が好ましい。

【0033】

ここで、本発明のセラミックヒータ1では、上記電極パッド4上のメッキ層5の表面におけるホウ素(B)の量を1重量%以下に特定することが重要である。

【0034】

メッキ層5には微量のホウ素(B)が含有されているが、メッキ層5上にロウ材6を介してリード部材7を接合する際、電極パッド4やロウ材6、リード部材7が酸化しないように還元雰囲気ガス中で焼付処理して接合するため、このガス中に含有する窒素(N₂)とメッキ層5中のホウ素が反応してメッキ層5の表面に窒化ホウ素(BN)14、酸化ホウ素(B₂O₃)等のホウ素化合物を生成する。このメッキ層5の表面に生成したホウ素化合物のホウ素の量が1重量%を超えると、メッキ層5の表面に多数の窒化ホウ素14が生成し、この窒化ホウ素14はロウ材6との濡れが悪いためにリード部材7を接合するため用いるロウ材6の流れ性が悪くなり、ロウ材6の良好なメニスカスの生成を阻害し、リード部材7とロウ材6との接合面積が減少し、リード部材7の接合強度が低下し、セラミックヒータの耐久性が低下する。

【0035】

したがって、上記電極パッド4上のメッキ層5の表面に析出するホウ素(B)の量を1重量%以下に特定することで、図2 (b) に示すように窒化ホウ素14の生成が抑制され、メッキ層5上のロウ材6との接合面積を増加させることができ、リード部材7を強固に接続することができる。また、ホウ素の量は0.3重量%、さらに好ましくは0.1重量%以下とすることがより好ましい。

【0036】

なお、上記メッキ層5の表面におけるホウ素の量を測定するには、オージェ分析によりホウ素の量を測定することができ、例えば、 $5 \text{ kV} \times 10 \text{ nA}$ の電子線を被測定物の表面に照射し、これにより励起されて出てきたオージェ電子を分析して、表面数ナノメートル程度の極表面の成分を定量分析することができる。ここでは、メッキ層5の表面に生成した度の極表面の成分を定量分析することができる。このオージェ分析では生成した元素の量をセラミック化ホウ素の量を抑制すればよいが、このオージェ分析では生成した元素の量をセラミック化ホウ素の量も管理するものである。これを特定することでメッキ層5の表面に生成するセラミック化ホウ素の量も管理するものである。これらホウ素が全てセラミック化ホウ素14として生成されたものであるとしても、そのセラミック化ホウ素の量は、Bの分子量(10.82)、BNの分子量(24.828)であることから、BNの量(重量%) = Bの量 $\times (24.828 / 10.82)$ で算出することができ、ホウ素の量を上記のように1重量%以下とすると、セラミック化ホウ素の生成量は2.3重量%以下となり、ロウ材6との接合面積を阻害しない範囲に抑制することができる。

また、メッキ層5の表面の炭素(C)の量を10重量%以下とすることが好ましい。

【0037】

これにより、上記ホウ素と同様に図2(b)に示すようにメッキ層5の表面の炭素15の生成量を抑制でき、リード部材7の引張強度の耐久性をより向上させることができるとなる。炭素15は、セラミック化ホウ素14と同様にメッキ層5の表面に生成してくる。この炭素15は、メッキ層5を形成した時にメッキ層5中に取り込まれた有機物やメッキ後の工程で表面に付着した有機物から生成したものと考えられる。炭素15もセラミック化ホウ素14と同様にロウ材6との濡れ性が悪い材料であり、これがメッキ層5の表面に存在すると、ロウ材6の流れ性が悪くなり、リード部材7の引っ張り強度の耐久性が低下する原因となるからである。さらに、上記炭素15の量を2.5重量%以下とすることがより好ましい。

【0038】

なお、メッキ層5の表面の炭素15の量も、オージェ分析により測定することができ、得られたセラミックヒータのまま測定することができる。

【0039】

このようにメッキ層12の表面のホウ素、炭素の量を調整するには、発熱抵抗体3を内蔵したセラミック体2の電極パッド4の表面にメッキ層5を形成した後、熱処理を施すことが重要である。

【0040】

メッキ層5にロウ材6を介してリード部材7を接合する際の焼付処理の前に予めメッキ層5に熱処理を施すことで、メッキ層5中のホウ素と、熱処理による還元雰囲気中の酸素によって酸化ホウ素を生成させ、さらに温度の上昇とともに酸化ホウ素を除去するとともに、メッキ層5中の炭素を除去する仕組みである。このように、メッキ層5中に含有するホウ素や、有機物を予め除去して、ロウ材6の焼付処理時にメッキ層5の表面に生成するセラミック化ホウ素14や炭素15の量を抑制し、リード部材7の引張強度の耐久性を向上させることができる。

【0041】

また、熱処理の条件として、還元雰囲気ガス中で温度を800～1200℃、水蒸気分圧を900Pa以上とすることが好ましい。

【0042】

温度が800℃未満であるとホウ素と酸素の反応が不十分となりメッキ層5中にホウ素が残留し、リード部材7とロウ材6の接合時、還元雰囲気ガス中の窒素と残留したホウ素が反応し、ロウ材6の流れを阻害するセラミック化ホウ素14を多量に生成してしまうからである。一方、1200℃を越えると、メッキ層5の金属成分と電極パッド4の金属成分が反応して、電極パッド4周辺に金属化合物を形成する恐れがあるためである。

【0043】

また、水蒸気分圧が900Pa未満となると、酸素量が不足し、メッキ層5中のホウ素

の酸化反応が不十分となり、ホウ素がメッキ層5中に残留し易くなるため、焼付処理時に窒化ホウ素14が生成しやすくなる。さらに、水蒸気分圧の上限としては、電極パッド4やメッキ層5が酸化しない程度としなければならない。電極パッド4の材料としてWを用い、メッキ層5としてNiを使用する場合、少なくとも水蒸気分圧6000Pa程度までは使用可能である。

【0044】

同様にメッキ層5中に含有する有機物も上記のような水蒸気分圧の還元雰囲気ガス中で熱処理すればメッキ層5の表面に生成する炭素の量を低減することが可能となる。

【0045】

さらに、上記メッキ層5上には、リード部材7を接合するためにロウ材6を塗布する。このロウ材6は、Ag-Cu、Au-Cu、Ag、Cu、Au等を主成分とし、必要に応じてバインダとなる樹脂や活性金属であるTi、Mo、V等の金属を含有してなるものを使用することができる。

【0046】

また、上記ロウ材6は、Au-Cuロウを用いる場合はAu含有量が25～95重量%、Au-Niロウを用いる場合はAu含有量が50～95重量%とすると、焼付処理の温度を1100℃程度に設定でき、焼付処理後の残留応力を低減することができる。これにより、熱サイクルにおいてロウ材6とセラミック体2の熱膨張差に起因する疲労が生じてもリード部材7の引張強度の低下を抑制することができる。

【0047】

また、リード部材7としては、Ni、Fe-Ni-Co合金、4-2アロイ、Fe-Ni基合金、各種ステンレス等からなるものを使用することができ、また、リード部材7の形状としては、断面丸形状の線材や、板状の線材、ブロック状のもの等、種々の形状のものを使用することができる。特に、耐熱性が良好なNi系、Fe-Ni系合金を使用することが好ましく、発熱抵抗体3からの熱伝達により、使用中にリード部材7の温度が上昇し、劣化するのを有効に防止することができる。

【0048】

上記リード部材7としてNiやFe-Ni合金を使用する場合、その平均結晶粒径を400μm以下とすることが好ましい。上記平均粒径が400μmを越えると、使用時の振動および熱サイクルにより、接合部近傍のリード部材7が疲労し、クラックが発生しやすくなる。他の材質についても、例えばリード部材7を形成する材質の結晶粒径がリード部材7の厚みより大きくなると、ロウ材6とリード部材7の境界付近の粒界に応力が集中してクラックが発生しやすい。

【0049】

なお、ロウ材6によってリード部材7を接続させる際にはロウ付けと呼ばれる焼付処理が施される。この焼付処理の温度は、できるだけ低温で、処理時間を短くすることが好ましく、これによってリード部材7の平均結晶粒径を400μm以下と小さくすることができ、リード部材7の強度低下をより防止することができる。

【0050】

また、リード部材7を接合したロウ材6の表面には、ロウ材6の酸化を防止するためメッキ層5を形成することが好ましく、ロウ材6にメッキ層5を形成しない場合にはリード部材7全体をメッキ処理することが好ましい。

【0051】

次に、上述の構造をなすセラミックヒータ1の製造方法について説明する。

【0052】

まず、アルミナを主成分とし、焼結助剤としてSiO₂、CaO、MgO、ZrO₂を合計量で4～12重量%含有するセラミックスラリーを成形したセラミックシート8を準備する。そして、セラミックシート8の一方の正面に発熱抵抗体3および電極引出部3aをプリントもしくは転写等の手法を用いて形成し、電極引出部3aの裏面にあたるセラミックシート8の他方の正面に電極パッド4を同じくプリントもしくは転写等の手法により

形成する。

【0053】

次に、電極引出部3aと電極パッド4との間にスルーホール9を形成し、該スルーホール9にW、Mo、Reの少なくとも1種類を主成分とする導電材料を充填するか、もしくはスルーホール9の内側面に塗布することにより、電極引出部3aと電極パッド4が電気的に接続できるようにする。

【0054】

その後、発熱抵抗体3および電極引出部3aの上にセラミックシート8とほぼ同等の組成からなるコート層を形成した後、セラミックシート8をセラミック芯材10の周囲に周密着して筒状の生成形体を成形する。こうして得られた生成形体を1500～1650°Cの還元雰囲気中で焼成してセラミック体2とする。

【0055】

その後、電極パッド4の表面に無電解メッキによりNi、Cr、Pt、Au、Pd、Cu等の金属の少なくとも1種以上からなるメッキ層5を形成する。

【0056】

次に、メッキ層5に還元雰囲気中で熱処理を施す。

【0057】

かかる後、熱処理を施したメッキ層5上に、酸素を含有した還元雰囲気中でロウ材6を介してリード部材7を焼付処理して接合することでセラミックヒータ1が完成する。

【0058】

なお、焼付処理の温度は具体的には、Ag-Cuロウであれば770～870°C、Au-Cuロウであれば950～1050°C、Agロウであれば1000～1100°Cで焼付処理を行う。

【0059】

また、セラミックヒータ1を湿度が高い雰囲気中で使用する場合、Au系、Cu系のロウ材6を用いることによってマイグレーションの発生を抑制することができる。

【0060】

さらに、図2(a)に示すように電極パッド4の端部からロウ材6の端部までの距離が少なくとも0.2mm以上とすることが好ましく、距離kが0.2mm未満であると、電極パッド4の端部がロウ材6の収縮時に引っ張られて剥離しやすくなり、リード部材7の引張強度が低下するためである。

【0061】

このように電極パッド4の表面にメッキ層5を形成した後、水蒸気分圧900Pa以上、且つ800～1200°C以上の還元雰囲気にて熱処理工程を施した後、ロウ材6を介してリード部材7を焼付処理したセラミックヒータ1は、ロウ材6の流れ性が改善され、使用中の熱サイクルによりロウ材6が酸化してリード部材7の引張強度が減少するような問題を防止することができる。

【0062】

なお、本発明のセラミックヒータ1は、上述の実施形態に限定されるものではなく、要旨を逸脱しない範囲内であれば種々の変更は可能である。

【実施例】

【0063】

(実施例1)

先ず、図1に示すようなセラミックヒータ1試料を得るため、セラミック体2としてAl₂O₃を主成分とし、SiO₂、CaO、MgO、ZrO₂を合計10重量%以内に調整したセラミックシート8に、W-Reからなる発熱抵抗体3とWからなる電極引出部3aをプリントした。また、セラミックシート8の裏面には電極パッド4をプリントした。発熱抵抗体3は、発熱長さ5mmで4往復のパターンとなるように作製した。

【0064】

そして、Wからなる電極引出部3aの末端には、スルーホールを形成し、ここにペース

トを注入することにより電極パッド4と電極引出部3a間の導通をとった。スルーホールの位置は、焼付処理を実施した場合に接合部の内側に入るように形成した。

【0065】

次いで、発熱抵抗体3の表面にセラミックシート8と略同一の成分からなるコート層を形成して充分乾燥した後、さらに上記セラミックシート8と略同一の組成のセラミックスを分散させた密着液を塗布して、こうして準備したセラミックシート8をセラミック芯材10の周囲に密着し、1500～1600℃で焼成した。

【0066】

さらに、上記電極パッド4の表面にNiからなる厚み3μmのメッキ層5を形成した後、水蒸気分圧を600～6000Pa間で変更した還元雰囲気にて、600～1300℃間で温度を変更して熱処理を施した。

【0067】

また、比較例として熱処理しないものも用意した。

【0068】

その後、Au-Cuからなるロウ材6を用いて、Niを主成分とする直径0.8mmのリード部材7を還元雰囲気中、温度830℃で焼付処理して接合してセラミックヒータ試料を得た。

【0069】

そして、各試料をオージェ分析によって観察し、メッキ層5の表面のホウ素、炭素の付着量を調べた。

【0070】

また、各試料のリード部材7の接合部のロウ材6のメニスカス部を表面から写真撮影し、写真から縦・幅寸法を測定した。

【0071】

さらに、各試料を350℃の恒温槽に5分間入れて温度が安定した後強制急冷し、さらに恒温槽に入れる熱サイクル試験を2000サイクル実施し、さらに、500℃の恒温層に500時間放置するという耐久試験を実施した耐久試験後の各試料におけるリード部材7の引張強度を、引張試験機を用いてリード部材7をセラミック体2の表面から垂直に引張ることによって測定した。このテストは、使用中の熱サイクルの加速試験に相当する。

【0072】

結果を表1に示した。

【表1】

試料 No.	熱処理温度 (°C)	水蒸気分圧 Pa	Bの量 (重量%)	Cの量 (重量%)	ロウ材流れ 縦寸法 (mm) n=10平均	ロウ材流れ 横寸法 (mm) n=10平均	接合部 耐久評価 n=10平 均 (N)
*1	熱処理無し	—	3.4	13.2	2.41	1.31	12
*2	600	800	3.1	12.1	2.42	1.32	13
*3	800	800	1.4	10.8	2.45	1.39	16
4	800	900	0.9	8.8	2.51	1.42	25
5	780	1200	0.5	3.6	2.63	1.43	33
6	800	2000	0.35	2.7	2.71	1.45	38
7	800	3200	0.28	0.8	2.82	1.50	44
8	800	6000	0.13	0.12	2.88	1.53	52
9	900	900	0.42	6.8	2.68	1.44	36
10	1000	900	0.12	2.3	2.88	1.53	48
11	1000	2000	0.08	0.4	2.90	1.55	52
12	1050	2000	0	0.2	2.91	1.55	55
13	1050	3200	0	0.11	2.92	1.55	54
14	1200	2000	0	0.05以下	2.92	1.55	54
15	1300	2000	0	0.05以下	2.51	1.45	34

*を付した試料は本発明の請求範囲外である。

【0073】

表1から分かるように、メッキ層の表面のホウ素の量が1.0重量%以下である試料No.4～14は、ロウ材のメニスカス部の縦寸法を2.51mm以上、横寸法を1.42mm以上にでき、耐久試験後のリード部材の接合強度が20N以上あり良好な耐久性を示した。また、上記ホウ素の量を0.3重量%以下にした試料No.7、8、10～14は

、ロウ材のメニスカス部の縦寸法を2.82mm以上、横寸法を1.5mm以上とより大きくでき、耐久試験後の接合強度も40N以上と大きなものとすることことができた。さらに、ホウ素の量を0.1重量%にした試料No.8、11～14は、接合強度を50N以上とより大きなものにすることことができた。

【0074】

また、特に、上記ロウ材のメニスカス部の寸法をより大きくでき、耐久試験後のリード部材の接合強度も大きな試料の熱処理条件は、温度を800～1200°C、その水蒸気分圧を900Pa以上であることが判った。

【0075】

これに対し、メッキ層の表面におけるホウ素の量が1.0重量%を越える試料No.1～3は、初期の接合強度の平均値100Nに対し耐久試験後の接合強度が20N未満となり接合強度が大きく低下した。また、熱処理温度を1300°Cとした試料No.15は、Wからなる電極パッドとNiからなるメッキ層が反応し、メッキ層が変色してしまったのでその後の試験を中止した。

【0076】

また、メッキ層の表面における炭素の量が10重量%以下にした試料No.4～14は、耐久試験後の接合強度が20Nを越えて良好な耐久性を示すことが判った。また、2.5重量%にした試料No.7、8、11～14は、耐久試験後の接合強度が40Nを越ることが判った。

【0077】

これに対し、炭素の量が10重量%を越える試料No.1～3は、耐久試験後の接合強度が20N未満以下と低下することが判った。

【図面の簡単な説明】

【0078】

【図1】 (a) は本発明のセラミックヒータの一実施形態を示す斜視図、(b) はその展開斜視図、(c) は同図 (b) の発熱抵抗体の欠陥を示す部分拡大図である。

【図2】 (a) は本発明のセラミックヒータに用いられるリード部材の接合部周辺の部分斜視図、(b) はその断面図である。

【図3】 (a) は従来のセラミックヒータを示す斜視図、(b) はその展開斜視図、

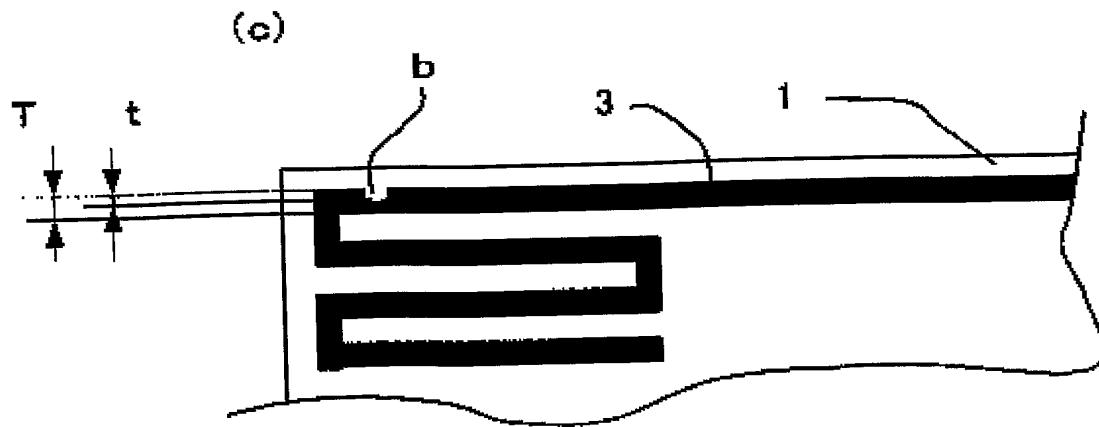
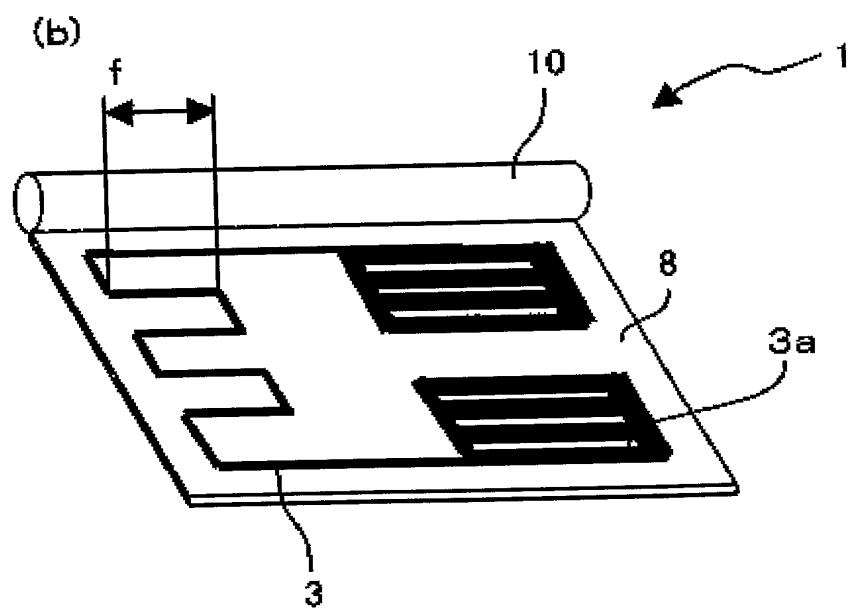
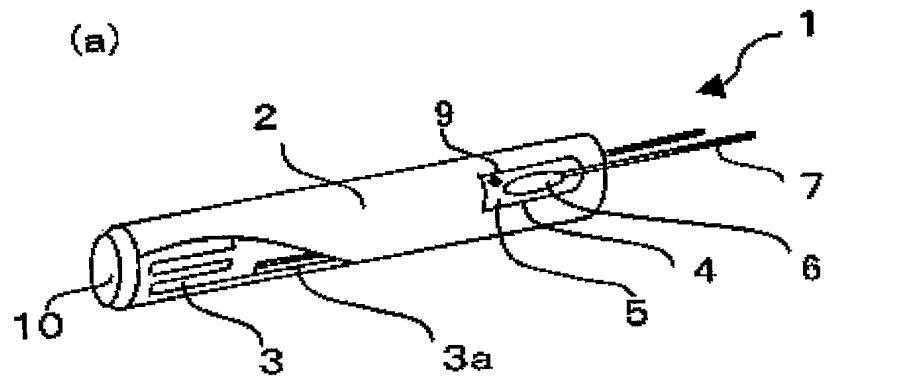
(c) はリード部材の接合部周辺の断面図である。

【符号の説明】

【0079】

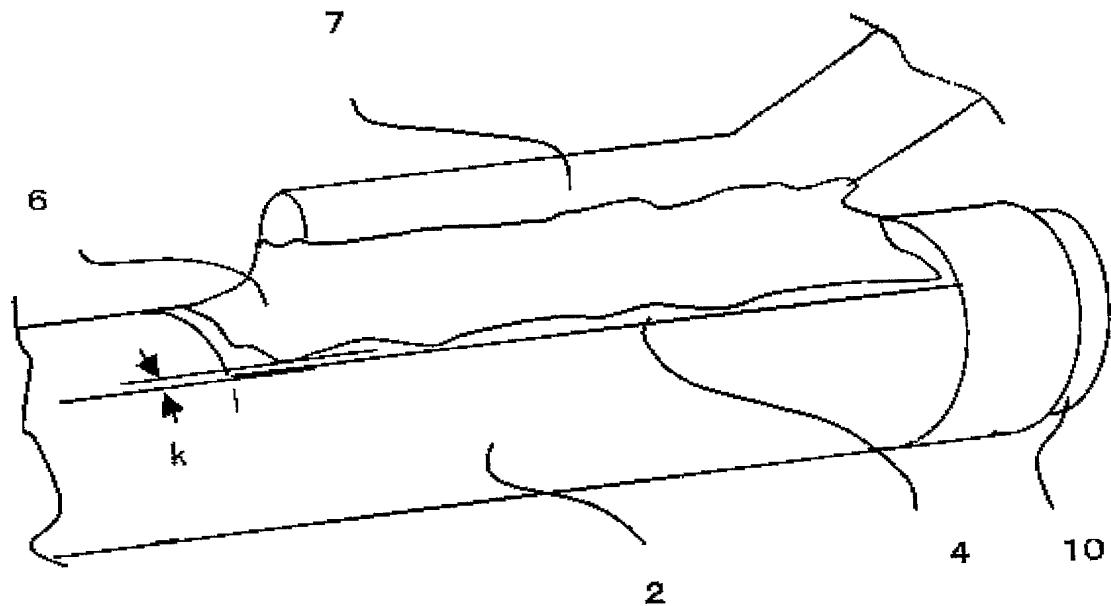
- 1 : セラミックヒータ
- 2 : セラミック体
- 3 : 発熱抵抗体
- 3 a : 電極引出部
- 4 : 電極パッド
- 5 : メッキ層
- 6 : ロウ材
- 7 : リード部材
- 8 : セラミックシート
- 9 : スルーホール
- 10 : セラミック芯材

【書類名】図面
【図1】

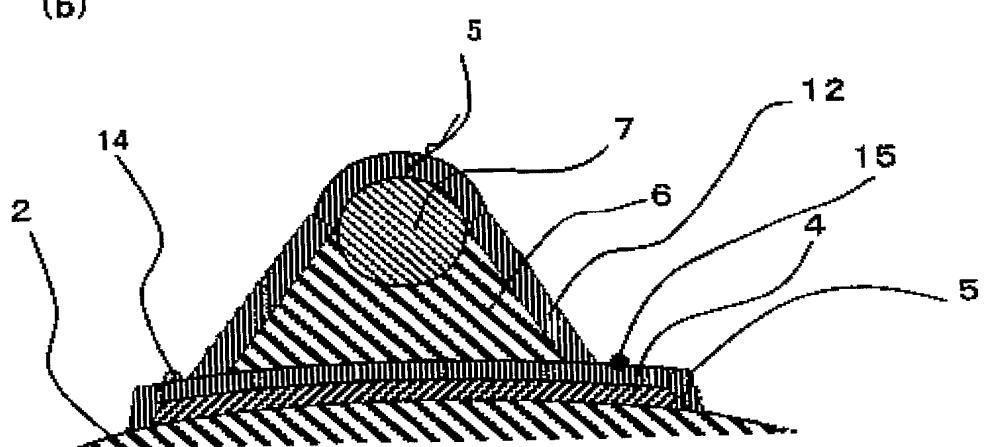


【図2】

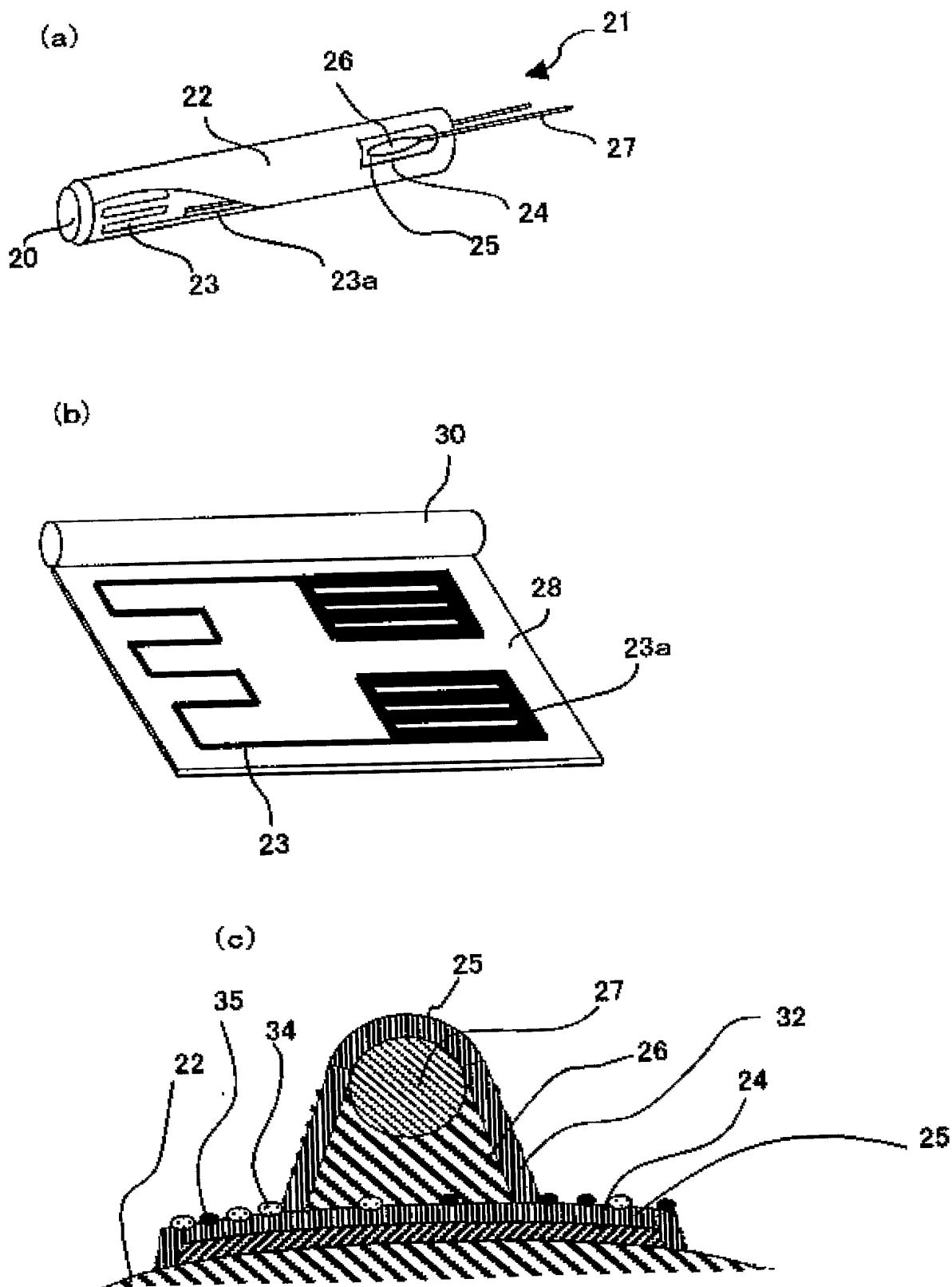
(a)



(b)



【図3】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】無電解メッキ層中のホウ素量が多いとロウ材の流れ性を阻害し、ロウ材の流れ不良を引き起こし、セラミックヒータ使用時の熱サイクルによって接合部の強度が低下し易くなる。

【解決手段】セラミック体2中に発熱抵抗体を内蔵し、該発熱抵抗体に通電する電極パッド4を上記セラミック体2の表面に備え、上記電極パッド4の表面にメッキ層5を形成し、ロウ材6を介してリード部材7を取着してなるセラミックヒータにおいて、上記メッキ層5の表面におけるホウ素(B)14の量を1重量%以下とする

【選択図】図2

特願 2003-394820

出願人履歴情報

識別番号

[000006633]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

1998年 8月21日

住所変更

京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地

京セラ株式会社